

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 01-163956

(43)Date of publication of application : 28.06.1989

(51)Int.Cl.

H01J 61/36

H01K 1/38

// C03C 27/04

C23C 30/00

(21)Application number : 63-241174

(71)Applicant : GENERAL ELECTRIC CO <GE>

(22)Date of filing : 28.09.1988

(72)Inventor : ESSOCK DIANA M
MALINOWSKI RICHARD F

(30)Priority

Priority number : 87 101928

Priority date : 29.09.1987

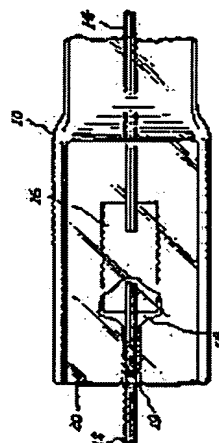
Priority country : US

(54) MOLYBDENUM OF IMPROVED OXIDATION RESISTANCE, METHOD THEREFOR,
SEALING PART USING IT, LAMP, AND REFLECTOR/LAMP ASSEMBLY

(57)Abstract:

PURPOSE: To improve the service life of a part exposed to an oxidizing environment at a high temperature by covering the part exposed to an oxidizing environment among molybdenum to constitute a sealing part with an alkaline metal silicate.

CONSTITUTION: Oxidation resistance of molybdenum exposed to an oxidizing environment at a temperature up to about 600°C is improved further by covering the surface of the molybdenum with at least a single kind of alkaline metal silicate. A sealing part is composed of a silica tube bulb 10 and a metallic member containing molybdenum. Since a difference in a thermal expansion coefficient exists between molybdenum and quartz, when the metallic member is cooled after the sealing part is formed, a void 18 is formed between an external lead wire 12 and the bulb 10. An aqueous solution of an alkaline metal silicate is supplied to a crossing part 19 between a wire 12 and an outside end surface 20 corresponding to an inlet of the void 18. The aqueous solution permeates into the void 18 by a combination of wetting force and a capillary phenomenon, and covers an exposed surface of molybdenum foil. Afterwards, the aqueous solution in the void is dried.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of
rejection]

[Kind of final disposal of application other than
the examiner's decision of rejection or
application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平1-163956

⑬ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成1年(1989)6月28日

H 01 J 61/36

B-7442-5C

H 01 K 1/38

7442-5C

C 03 C 27/04

Z-8821-4G

C 23 C 30/00

C-7141-4K

審査請求 未請求 請求項の数 27 (全11頁)

⑮ 発明の名称 モリブデンの耐酸化性を改善する方法およびランプ封止部における
その利用

⑯ 特 願 昭63-241174

⑰ 出 願 昭63(1988)9月28日

優先権主張 ⑱ 1987年9月29日 ⑲ 米国(US) ⑳ 101,928

㉑ 発 明 者 ダイアナ・マリー・エ アメリカ合衆国、オハイオ州、モアランド・ヒルス、ジャ
ソック クソン・ロード、34900番

㉒ 発 明 者 リチャード・フランシ アメリカ合衆国、オハイオ州、チエスターランド、ノート
ス・マリノウスキー シン・ドライブ、12213番

㉓ 出 願 人 ゼネラル・エレクトリ アメリカ合衆国、ニューヨーク州、スケネクタディ、リバ
ック・カンパニー ーロード、1番

㉔ 代 理 人 弁理士 生沼 裕二

明 細 書

1. 発明の名称

モリブデンの耐酸化性を改善する方法およ
びランプ封止部におけるその利用

2. 特許請求の範囲

1. モリブデンとガラス質材料との間の封止部
において、前記封止部を構成する前記モリブデン
のうちで酸化環境に暴露される部分がアルカリ金
属ケイ酸塩で被覆された結果として少なくとも約
250℃の高温度で酸化環境に暴露された場合に
寿命の向上を示すことを特徴とする封止部。

2. 前記モリブデンのうちで酸化環境に暴露さ
れる部分が前記アルカリ金属ケイ酸塩の比較的均
一な被覆を有する請求項1記載の封止部。

3. 気密封止部である請求項2記載の封止部。

4. 前記ガラス質材料が石英または耐熱ガラス
組成物である請求項3記載の封止部。

5. 前記高温が約600℃を超えない請求項4
記載の封止部。

6. 前記アルカリ金属がカリウムである請求項

5記載の封止部。

7. 前記アルカリ金属がナトリウムである請求
項5記載の封止部。

8. 前記アルカリ金属がカリウム、ナトリウム
およびそれらの混合物から成る群より選ばれる請
求項5記載の封止部。

9. (a) ガラス質管球および(b) 前記管球の少
なくとも一方の端部に気密封止されかつ前記端部
に設けられた少なくとも1個の開口を通して前記
管球の内部にまで伸びる少なくとも1個の金属製
導入結構造物を含んでいて、前記導入結構造物が
(1) 金属製の外部リード線、(2) 前記管球に対す
る気密封止部を形成する中間の封止用モリブデン
箔、および(3) 前記管球の内部にまで伸びる内部
リード線から成り、かつ前記内部および外部リー
ド線が前記モリブデン箔に接続されているような
ランプにおいて、前記モリブデン箔のうちで前記
外部リード線に隣接しかつ酸化環境に暴露される
部分の表面がアルカリ金属ケイ酸塩で被覆されて
いることを特徴とするランプ。

特開平1-163956(2)

10 前記ガラス質管球が石英またはアルミノケイ酸塩ガラスから成る請求項9記載のランプ。

11 タングステンハロゲンランプまたはアーク放電ランプである請求項10記載のランプ。

12 前記内部および外部リード線が耐火金属から成る請求項11記載のランプ。

13 前記外部リード線が前記管球に付着しない金属で被覆されている請求項12記載のランプ。

14 (i) ガラス質管球および(ii) 前記管球の少なくとも一方の端部につまみ封止されかつ前記端部に設けられた少なくとも1個の開口を通して前記管球の内部にまで伸びる少なくとも1個の耐火金属製導入線構造物を含んでいて、前記導入線構造物が(1) 終端の外部リード線、(2) 前記管球に対する気密封止部を形成する中間の封止用モリブデン箱、および(3) 前記管球の内部にまで伸びる内部リード線から成り、かつ前記内部および外部リード線が前記モリブデン箱の両端に接続されているようなランプにおいて、前記モリブデン箱のうちで前記外部リード線に隣接しかつ酸化環境

境に暴露される部分の表面がアルカリ金属ケイ酸塩で被覆されていることを特徴とするランプ。

15 前記封止部が気密封止部である請求項14記載のランプ。

16 前記ガラス質管球が石英または耐熱ガラス組成物から成る請求項15記載のランプ。

17 タングステンハロゲンランプである請求項16記載のランプ。

18 前記ガラス質管球が主として石英から成る請求項16記載のランプ。

19 アーク放電ランプである請求項18記載のランプ。

20 前記アルカリ金属がカリウムである請求項17記載のランプ。

21 前記アルカリ金属がナトリウムである請求項17記載のランプ。

22 前記アルカリ金属が主としてカリウムである請求項17記載のランプ。

23 (A) 前方の反射部分および前記反射部分から後方に突き出た細長い中空部分を有するガラ

ス質反射体部材と、(B) 光源が前記反射体部材のはば焦点に位置するようにしてセメントにより前記中空部分内に恒久的に固定されたタングステンハロゲンランプとから成っていて、前記タングステンハロゲンランプが(i) ガラス質管球および(ii) 前記管球の少なくとも一方の端部に気密封止されかつ前記端部に設けられた開口を通して前記管球の内部にまで伸びる少なくとも1個の耐火金属製導入線構造物を含み、前記導入線構造物が(1) 終端の外部リード線、(2) 前記管球に対する気密封止部を形成する中間の封止用モリブデン箱、および(3) 前記管球の内部にまで伸びる内部リード線から成り、かつ前記内部および外部リード線が前記モリブデン箱の両端に接続されているような反射体・ランプアセンブリにおいて、前記モリブデン箱のうちで前記外部リード線に隣接しかつ酸化環境に暴露される部分の表面がアルカリ金属ケイ酸塩で被覆されていることを特徴とする反射体・ランプアセンブリ。

24 前記外部リード線が前記管球に付着しな

い材料で被覆されている請求項23記載の反射体・ランプアセンブリ。

25 前記外部リード線が少なくとも約40ミルの直径を有する請求項24記載の反射体・ランプアセンブリ。

26 表面がアルカリ金属ケイ酸塩で被覆された結果として約250〜600℃の温度下で改善された耐酸化性を示すことを特徴とするモリブデン。

27 モリブデンの表面上にアルカリ金属ケイ酸塩の被覆を設置することを特徴とする、約250〜600℃の温度下におけるモリブデンの耐酸化性を改善する方法。

3 発明の詳細な説明

発明の背景

〔発明の分野〕

本発明は、モリブデンの耐酸化性を改善する方法、およびモリブデンとガラス質材料との間に形成されたランプ封止部におけるその利用に関するものである。更に詳しく言えば本発明は、約2

特開平1-163956(8)

50～600℃の温度下で酸化環境に暴露されるモリブデンの耐酸化性を改善する方法、およびモリブデンとガラス質管球との間に形成されたランプの気密封止部のうちで酸化環境に暴露されるモリブデン部分をアルカリ金属ケイ酸塩で被覆することによって該気密封止部の寿命を向上させるために上記方法を利用することに関する。

(先行技術の説明)

ガラス質材料に対する気密封止部(たとえば、石英ランプ管球のつまみ封止部や真空成形封止部)を形成するためにモリブデンを使用することは、当業者にとって旧来の公知技術である。モリブデンは酸化され易い材料であって、約350℃以上の温度下では酸化環境(たとえば空気)中において急速に酸化される。つまみ封止部や真空成形封止部において使用されたモリブデン箔の場合には、かかる酸化は回路の遮断もしくは封止部の破壊をもたらす。その結果としてランプの故障を生じることがある。多くの場合、外部導線としてもモリブデン線を使用することが好ましいが、かかるモ

リブデン線はランプを電線に接続する際に発生する力に耐え得るように封止部の奥深くで固定する必要がある。大抵の石英・モリブデン間気密封止部は約350℃までの温度において有効に働く。しかるに約350℃以上の温度下では、周囲の大気中の酸素とモリブデン箔との間の酸化反応の速度が大幅に増大する結果、モリブデンとガラス質材料との間の気密封止部を有するランプの有効寿命は実質的に低減する。かかる酸化反応が起こる理由は、封止作業に際し、ガラス質材料の冷却に伴ってリード線の周囲に微視的な通路が形成されることにある。このような通路または割れ目が存在するため、ランプ封止部のモリブデン領域に酸素が侵入するのである。

石英のごときガラス質材料に対するつまみ封止部または真空成形封止部を形成する場合、石英は比較的太い外部および内部リード線に対して完全に付着するわけではない。その理由の1つは、石英の粘度が比較的高いことにある。また、外部リード線に沿ってばかりでなくランプの横軸に対し

て垂直な指状部分の外端に沿っても微細な通路が生じるもう1つの理由は、石英の熱膨張率と(通例はタングステンまたはモリブデンから成る)耐火金属製外部リード線の熱膨張率との間に大きな差があることである。

これらの封止部は常にランプの早期故障の原因となり得る箇所であったため、一層良好な封止部を形成するために数多くの試みがなされてきた。特に、つまみ封止部に通路が形成される結果として大気中の酸素に暴露される部分におけるモリブデン箔の酸化を防止するために多大の努力が払われてきた。かかる試みの一例として、米国特許第3420944号明細書中にはモリブデン箔の外側半分を薄いクロム被膜で被覆することが開示されている。これは、指状部分を2個のモリブデン箔片から形成することによって達成された。その場合、一方の箔片にはクロムめっきが施されるのに対し、他方には施されない。2個の箔片は接着剤層によって接合される。このようにして酸化の問題はある程度解消されたが、機械的強度の低

下および箔の平面内の酸化という新たな問題が生じた。また、クロム被膜が厚過ぎると、ランプ管球の外側からめっき部分に至る微細な通路が形成されることにもなる。それ故、米国特許第3793615号明細書中に開示されることと新たな試みがなされた。この特許明細書中には、モリブデン箔のほぼ半分のみをクロム層で被覆したものをを用いて形成されたつまみ封止部を有するタングステンハロゲンランプが開示されている。この場合のめっき層はくさび形またはテーパ状を成して、モリブデン箔の外端においてはクロム層の厚さが最大である一方、モリブデン箔と石英との間における気密封止部の一部分を成すモリブデン箔部分においてはクロム層が比較的薄くなっている。この特許明細書中にはまた、クロム層の代りにニッケル、ニッケル化モリブデンまたはクロム・ニッケル合金を使用し得ることも示唆されている。

米国特許第4015165号明細書中にはまた、つまみ封止部を命む石英ガラス管球を有するランプのモリブデン製外部導線の酸化問題に対する1

特開平1-163956(4)

つの解決策が提唱されている。この解決策は、ニッケルめっき黄銅のごとき耐酸化性材料から成る被覆またはスリーブでモリブデン製外部導線を被覆するというものである。更にまた、米国特許第4539509号明細書中には、外部リード線と石英との間の小さな空間もしくは通路内に封止用ガラス組成物を配置することが開示されている。かかる封止用ガラス組成物は350℃を越える温度下で熔融し、それによって石英とリード線との間に気密封止部を形成する。

更に最近になると、空気に暴露された封止用モリブデン箱の酸化問題を緩和するための新たな試みが米国特許第4677338および4682071号明細書中に開示されている。これらの特許は、つまり封止用として實質的に細長いステム部分を金んだ石英管球を有する自然ランプおよび放電ランプに関するものである。この場合には、細長いステム部分の外周に高度の研磨、被覆、リブ付け、ひねりまたはその他の処理が施される結果、光源からモリブデン箱またはそれに隣接した外部

導線に入射する放射の一部が排除されることになる。その目的は、封止部の外周部分の温度を低下させ、それによってモリブデンの酸化を低減させることにある。米国特許第4677338号明細書中にはまた、モリブデンの酸化に原因するランプの故障は約250℃という低い温度下でも起こり得ることが記載されている。

上記のごとき試みがなされたとは言え、箱・空気界面におけるモリブデン箱封止部の酸化および約350℃を越える温度下で酸化環境に暴露されるモリブデン導線、モリブデン被覆導線またはその他のモリブデン物体の酸化は今なお大きな問題となっている。それ故、かかるモリブデンの酸化問題に対する実質的かつ容易な解決策が得られれば望ましいわけである。

発明の要約

本発明は、モリブデンの表面を少なくとも1種のアルカリ金属ケイ酸塩（たとえばケイ酸カリウム）で被覆することにより、約600℃までの温度下で酸化環境に暴露されるモリブデンの耐酸化

性を改善する方法に関する。すなわち、モリブデンの表面をアルカリ金属ケイ酸塩で被覆すれば、モリブデンは一層良好な耐酸化性を示すことが見出されたのである。

このような発見を利用すれば、約600℃を越えない高温下で酸化環境（たとえば空気）に暴露された場合に実質的に改善された耐酸化性を示す石英・モリブデン間の気密封止部が得られ、従ってかかる高温下で酸化環境に暴露される上記のごとき封止部を有するランプの寿命の向上が得られることになる。それ故に本発明の実施の一形態は、600℃を越えない高温下で酸化環境に暴露された場合に寿命の向上を示すようなモリブデンとガラス質材料との間の封止部に関する。かかる封止部は、それを構成するモリブデンのうちで酸化環境に暴露される部分が少なくとも1種のアルカリ金属ケイ酸塩から成る被覆を有することを特徴とするものである。

本発明のもう1つの実施の形態は、ガラス質管球と、その少なくとも一方の端部に封止された

モリブデン箱部分を有しかつガラス質管球の内部にまで伸びる耐火金属製導入導構造物とを含むランプにおける改良に関する。上記の導入導構造物の実例としては、(1) 封止部の外部リード線、ガラス質管球に対する気密封止部を形成する中間の封止用モリブデン箱、およびガラス質管球の内部にまで伸びる内部リード線から成っていて、内部および外部リード線がモリブデン箱の両端に接続されているような導入導構造物、並びに(2) ガラス質管球に対する気密封止部を形成するモリブデン箱部分がリード線の横断方向に広がるような導入導構造物（たとえば、金属リード線上に取付けられたモリブデン箱フランジを含む導入導構造物）が挙げられる。かかるランプにおける本発明の改良は、上記のごときモリブデン箱のうちで外部リード線に隣接して酸化環境に暴露される部分が少なくとも1種のアルカリ金属ケイ酸塩で被覆されることを特徴とするものである。

本発明の更にもう1つの実施の形態は、前方の反対部分およびそれから後方に突き出た細長い中

特開平1-163956(6)

8が形成される。なお、説明の都合上、かかる空隙は誇張して図示されている。かかる空隙は封止部の外端面20からモリブデン箔16の外端部分にまで連続して形成されるが、その理由の1つは比較的太い外部リード線が比較的薄いモリブデン箔に接合されていることにある。一般に、外部リード線12および内部リード線14の直径は約30ミル程度であるのに対し、モリブデン箔の厚さは約2ミル未満である。石英管球に対する気密封止を達成するため、モリブデン箔の縁端にはナイフエッジを形成するためのエッチングが施されている。アーク放電ランプの場合には、内部リード線14は電極に接続されるか、あるいは電極の一部を成す。また、タングステンハロゲンランプのごときランプの場合には、内部リード線14はフィラメント（たとえばタングステンフィラメント）に接続されるか、あるいはフィラメントの一部を成す。外部リード線12は、電源との電気的接続を達成するために必要な機械的耐久性および強度を得るため、より太いフェルールで被覆されるか、

あるいはかかるフェルールに被覆される。アルカリ金属ケイ酸塩の水溶液は、空隙18の入口に相当する外端面20と外部リード線12との交差部19に供給しさえすればよい。上記のごとく、凝集力と毛管作用との組合せにより、かかるアルカリ金属ケイ酸塩水溶液は空隙18内に浸透し、そしてモリブデン箔の金属出面を濡らして被覆する。その後、空隙内のアルカリ金属ケイ酸塩水溶液を常温に放置して乾燥するか、あるいは高温に昇温して乾燥すればよい。

前記の「発明の要約」中に記載された通り、本発明の実施の一態様に従えば、金属製の外部リード線が封止部の形成時にランプ管球またはアーク管のガラス質材料に付着しない金属で被覆される。このようにすれば、外部リード線と周囲のガラス質材料との間に空隙または空隙が一層容易に得られることが判明した。かかる目的のために有用な金属の実例はニッケルである。更にまた、場合によっては、かかるランプ構造において使用される直径（すなわち約30ミル）より実質的に大きい

直径（すなわち40ミル以上）の金属製外部リード線を石英に付着しない金属（たとえばニッケル）の被覆と組合わせて使用すれば望ましいことも判明した。このようにすれば、大気に暴露されるモリブデン箔の外端部分をアルカリ金属ケイ酸塩の水溶液で一層容易かつ完全に被覆することができるのである。

上記に記載された技術の実施の態様に従って比較的太い外部リード線を封止用モリブデン箔の外端部分に接続し、かつ好ましくは外部リード線をランプ管球に付着しない金属で被覆することは、つまり封止部または真空成形封止部の形成に際しては封止部の外端に至るまでできるだけ緊密な封止部を形成するという現行の技術に反している。すなわち、現行の技術においては封止部の外端部分をできるだけ気密にすることが試みられている。しかしながら、封止部を構成する封止用モリブデン箔の外端部分に空気を導入するような細れ目や空隙が外部リード線の周囲に形成されることは避けられないのである。

第2図は、本発明の実施に際して有用なタングステンハロゲンランプの典型例を示す略図である。かかるランプは石英管球10につまみ封止された2個の導入線構造物を含んでいて、かかる導入線構造物は中間の封止用モリブデン箔16、16'の両端に終端の外部リード線12、12'および内部リード線14、14'をそれぞれ接続したもののから成っている。内部リード線14はタングステンフィラメント24の一端に接続され、また内部リード線14'はその他の端に接続されている。この場合、アルカリ金属ケイ酸塩の水溶液はランプ管球10の外端面20と外部リード線12、12'との交差部19、19'に供給される。その結果、かかるアルカリ金属ケイ酸塩水溶液は外部リード線12、12'の周囲の空隙18内に浸透し、そして封止用モリブデン箔16、16'の外端部分を被覆することになる。

第3図は、本発明の実施に際して有用なダブルエンド形の白熱ランプまたはタングステンハロゲンランプの略図である。かかるランプ26は、石

特開平1-163956(7)

石英管28の両端につまみ封止された中間の封止用モリブデン箔30および32を含んでいる。モリブデン箔30および32は外部リード線34および36にそれぞれ接続されており、またモリブデン箔30および32の各々の他端にはタングステンフィラメント38が接続されている。この場合、アルカリ金属ケイ酸塩の水溶液はつまみ封止部の外端面39および40と外部リード線34および36との交差部41および42に供給される。その結果、かかるアルカリ金属ケイ酸塩水溶液は外部リード線34および36と石英管28との間の空隙（図示せず）内に浸透し、そして封止用モリブデン箔30および32の外端の露出部分を被覆することになる。

第4図は、本発明の実施に際して有用な別種のランプの略図である。第4図に示されたメタルハライドアーク放電ランプ80は、石英管82の両端44および44'に形成された石英・モリブデンつまみ封止部を有している。各々のつまみ封止部は封止用モリブデン箔46および46'に

外部リード線48および48'をそれぞれ接続したもので成る耐火金属製導入機構造物を含んでおり、またモリブデン箔46および46'の他端には内部リード線50および50'がそれぞれ接続されている。内部リード線50および50'は環状端部52および58をそれぞれ有しており、また内部リード線50はその末端部分に固定されかつ環状端部52に接続された中空のタングステン製の導線54をも含んでいる。石英管82の内部空間は、アルゴンまたはその他の不活性ガスと共に、水銀および金属ハロゲン化物（たとえば、 ScI_3 または TlI_4 ）から成る封入物を含有している。この場合、アルカリ金属ケイ酸塩の水溶液はつまみ封止部またはステム44および44'の外端面と外部リード線48および48'との交差部に供給される。その結果、かかるアルカリ金属ケイ酸塩水溶液は外部リード線と石英管との間の空隙（図示せず）内に浸透し、そして封止用モリブデン箔46および46'の外端の露出部分を被覆することになる。

第5図は、本発明の実施に際して有用な反射体ランプアセンブリの部分切欠き側面図である。なお、この場合のランプは第2図に示されたような種類のものである。第5図に関連して述べれば、成形ガラス反射体60内にはセメント62によってタングステンハロゲンランプ11が接合されている。ランプ11は、石英管10の一方の端部に封止された2個の耐火金属製導入機構造物を有している。かかる導入機構造物は一端において外部リード線に接続されかつ他端において内部リード線に接続された中間の封止用モリブデン箔16および16'を含んでおり、また内部リード線は石英管10の内部空間においてタングステンフィラメントに接続されている。外部リード線にはつまみ封止部の外端面から伸びるフェルール64および64'が接続されていて、それらは反射体60にランプ11を接合するセメント62を貫通して突き出ている。ランプ11を反射体60内に接合するのに先立ち、外部リード線の根元にアルカリ金属ケイ酸塩の水溶液が供給される。その結果、

かかるアルカリ金属ケイ酸塩水溶液は外部リード線と石英管との間の空隙（図示せず）内に浸透し、そしてモリブデン箔16および16'の外端に存在する空隙（図示せず）を閉鎖することになる。このようにして、つまみ封止部の形成後にガラス製材料を冷却した際に封止部に形成される空隙内に露出した封止用モリブデン箔16および16'の外端部分が被覆されるのである。

上記の説明は封止部の形成に対して平行に配置されたモリブデン箔を使用するつまみ封止部に際するものであるが、本発明はその他の種類の封止部に対しても使用することができる。すなわち、米国特許第4161642号明細書中には、真空成形法によっても適当な気密封止部を形成し得ることが開示されている。本発明はまた、封止部の継断を横断するフランジを成すようにしてモリブデン箔をリード線上に取付けることによって形成されたモリブデンとガラス製材料との間の封止部に対しても有用である。かかる封止部の実施例は、たとえば、米国特許第2518944、2607

981、2699847、2630471および3664180号明細書中に開示されている。

なお、添付の図面に開示した上記の説明は本発明を例示するものに過ぎないことを理解すべきである。次に、下記の実施例によって本発明を一層詳しく説明しよう。

実施例1

本実施例においては、石英管球およびつまみ対止部を有する8個のダブルエンド形タングステンハロゲンランプを使用した。かかるランプの形状および構造は、対止部が真空成形法によって形成された点を除けば、第3図に示されたものと同様である。かかる真空成形対止部を構成するモリブデン箔の両端には、モリブデン製の内部および外部リード線が接続されていた。各対止部の外端面と外部リード線との交差部にケイ酸カリウムの水溶液を供給したところ、該溶液は石英と外部リード線との間の空隙内に浸透し、そして対止用モリブデン箔の外端部分にまで達した。かかるケイ酸カリウム水溶液は、上記の空隙を満たして空隙内

後に対止部の破壊が認められた。

蒸留水にメタケイ酸ナトリウム ($\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) を溶解することによって調製された25(質量%)のケイ酸ナトリウム水溶液を用いて上記の実験を繰返した。450℃で350時間後においても対止部破壊の形跡は認められなかった。

実施例2

ランプを600℃の炉内に配置した点を除き、実施例1の場合と同様な実験を行った。詳しく述べれば、4個のランプを同じケイ酸カリウム水溶液で処理し、次いで600℃の炉内に配置した。また、対止部をケイ酸カリウム水溶液で処理しない1個の対照品についても同様な試験を行った。かかる対照品は600℃で僅か66時間後に対止部の破壊を示した。それに対し、4個の処理済みランプは600℃で1053時間後においても対止部の破壊を示さなかったため、試験を中止した。

実施例3

試験の終了後、実施例1の処理ランプの1個を破壊し、そして対止部の処理済みモリブデン箔部

特開平1-163956(8)

のモリブデンを顕微鏡下に見えた。このような処理を施したランプを170℃の炉内において20分間にわたり乾燥した。

上記のケイ酸カリウム水溶液はアルカリ性 ($\text{pH} 11$) を示す無色の低粘度液体であって、19.5%の二酸化ケイ素 (SiO_2) および9.4%の酸化カリウム (K_2O) を含有していた。従って、溶液中の SiO_2 と K_2O とのモル比は3.25であった。この物質は、ボタシウム・シリケート・エレクトロニクス (Potassium Silicate Electronics) #200の名称でデュポン (DuPont) 社から入手した。

乾燥後のランプを450℃の炉内に配置し、そして定期的に検査した。8個のランプのうち、1個については871時間後に対止部の破壊が起こった。450℃で1479時間後に試験を中止したが、それ以上の故障は認められなかった。

それに対し、ケイ酸カリウム水溶液による処理を施さなかった同種のランプ1個について同様な試験を行ったところ、450℃で僅か143時間

分についてデバイ・シェラー線照技術によるX線分析を行った。かかるX線分析の結果、モリブデン箔の処理表面上には Mo 、 MoO_3 、 K_2MoO_4 および(恐らくは) H_2O の存在が認められた。

実施例4

本実施例においては、第2図に示されたような種類の75ワットタングステンハロゲンランプ20個以上について、実施例1のケイ酸カリウム水溶液による対止部の処理を行った。かかるランプは石英管球を有すると共に、内部および外部リード線に接続されたモリブデン箔を用いて形成されたつまみ対止部を含んでいた。外部リード線は直径3.0ミルのモリブデン線であった。皮下注射器の使用により、対止部の外端面と外部リード線との交差部にケイ酸カリウム水溶液を供給した。これらのランプを24時間にわたって風乾し、かつ(あるいは)300℃で15分間にわたって乾燥した後、ランプを点灯することによって促進寿命試験を行った。かかるランプの平均寿命は1000時間を実質的に超えていた。それに対し、ケイ

特開平1-163958(9)

酸カリウム水溶液による処理を施さない同様のランプの平均寿命は約100～200時間未満であった。

実施例5

本実施例においては、第5図に示されかつ本明細書および米国特許第4021659号明細書中に記載されたような種類の反射体・ランプアセンブリを多数製造し、そしてそれらを点灯することによって促進寿命試験を行った。この場合のランプは実施例4において使用されたランプと同様のものであった。詳しく述べれば、直径30ミルのモリブデン線から成る外部リード線を有する100個のランプおよび直径60ミルのニッケルめっきモリブデン線から成る外部リード線を有する115個のランプを使用した。ガラス反射体にランプを接合するのに先立ち、(対照品として使用した)30ミルの外部リード線を有する19個のランプを除く全てのランプについて、実施例1のケイ酸カリウム水溶液による封止部の処理を行った。これらのランプを24時間にわたって風乾し、か

つ(あるいは)300℃で15分間にわたって乾燥した後、反射体に接合した。その際、一部のアセンブリにおいてはシリカ粒子とケイ酸カリウム水溶液との混合物から成るセメントを使用し、また一部のアセンブリにおいてはリン酸アルミニウムセメントを使用した。完成後のアセンブリを点灯することによって促進寿命試験を行った。

(30ミルのリード線)

直径30ミルの外部リード線を有しかつシリカ・ケイ酸カリウムセメントを用いて反射体に接合されたランプについては、かなり大膽なデータのばらつきが認められた。ケイ酸カリウム水溶液による封止部の処理を施さなかったランプは約1000時間の平均寿命を示した。ケイ酸カリウム水溶液による封止部の処理を施したランプは、反射体への接合に先立って300℃で15分間にわたって乾燥した場合には1500時間の平均寿命を示し、また反射体への接合に先立って48時間にわたって風乾した場合には約1900時間の平均寿命を示した。

直径30ミルの外部リード線を有しかつリン酸アルミニウムセメントを用いて反射体に接合されたランプは、ケイ酸カリウム水溶液による封止部の処理を施さなかった場合には僅か400時間の平均寿命を示したのに対し、該溶液による処理を施しかつ反射体への接合に先立って300℃で15分間にわたって乾燥した場合には約1500時間の平均寿命を示した。また、反射体への接合に先立って蒸温で48時間にわたって風乾した場合のランプは2000時間を越える平均寿命を示した。特に、18個のランプ群のうちの3個は3500時間後にも点灯し続けた。

(60ミルのニッケルめっきリード線)

直径60ミルのニッケルめっきモリブデン製外部リード線を有するランプに関する結果は、直径30ミルの外部リード線を有するランプに関する結果よりも優れていた。詳しく述べれば、ケイ酸カリウム水溶液による封止部の処理を施すことなしにシリカ・ケイ酸カリウムセメントを用いて反射体に接合されたランプについては、3200時

間後に点灯し続けたランプは18個のランプ群のうちの2個に過ぎなかった。それに対し、ケイ酸カリウム水溶液による封止部の処理を施した場合には、19個および20個のランプ群のうちの17個が3200時間後にも点灯し続けた。

リン酸アルミニウムセメントを用いて反射体に接合されたランプは、シリカ・ケイ酸カリウムセメントを用いて接合されたランプほど良好な性能を示さなかった。詳しく述べれば、ケイ酸カリウム水溶液による封止部の処理を施さなかった20個のランプ群の平均寿命は約900時間に過ぎなかった。それに対し、かかる処理を施したランプの平均寿命は、3200時間未満で故障したランプのみについて見た場合に2000時間を越えていた。なお、19個および20個のランプ群のうちのそれぞれ5個および8個は3200時間後にも点灯し続けた。

4 図面の簡単な説明

第1図は封止用モリブデン箔に内部および外部リード線に接続したものから成る 耐火合金製導

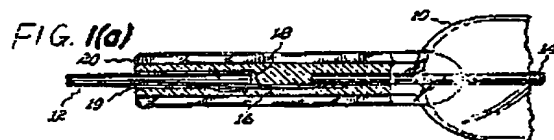
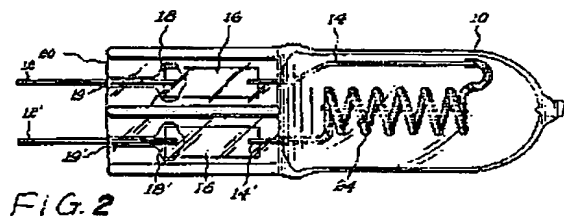
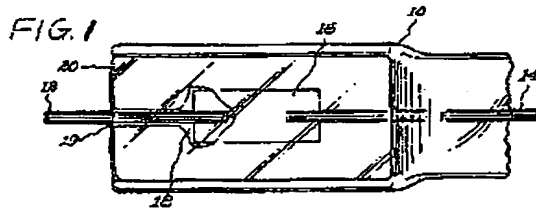
特開平1-163956 (10)

入線構造物を含む石英管球つまみ封止部の略図、第1(a)図は第1図の封止部の部分切欠き側面図、第2図は石英管球に気密状態でつまみ封止された2個の導入線構造物を含むシングルエンド形のタングステンハロゲンランプを示す略図、第3図は本発明の実施に際して有用な、各端に石英・モリブデン間の気密なつまみ封止部を有するダブルエンド形のタングステンハロゲンランプを示す略図、第4図は本発明の実施に際して有用な、各端に石英・モリブデン間の気密なつまみ封止部を有するアーク放電ランプを示す略図、そして第5図は本発明の実施に際して有用な反射体とタングステンハロゲンランプとのアセンブリを示す略図である。

図中、10は石英管球、12は外部リード線、14は内部リード線、16は封止用モリブデン筒、18は空腔、19は交差部、20は外端面、24はタングステンフィラメント、26はダブルエンド形のランプ、28は石英管球、30および32は封止用モリブデン筒、34および36は外部リード線、38はタングステンフィラメント、39

および40は外端面、41および42は交差部、46は封止用モリブデン筒、48は外部リード線、50は内部リード線、52および58は球状端部、54はつる巻線、60はガラス反射体、62はセメント、64はフェルール、80はメタルハライドアーク放電ランプ、そして82は石英管球を表わす。

特許出願人ゼネラル・エレクトリック・カンパニー
代理人 (7636) 生 沼 徳 二



特開平1-163956 (11)

FIG. 4

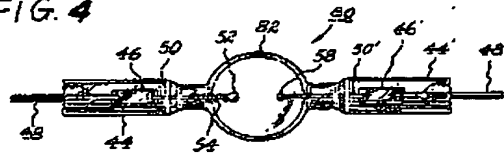
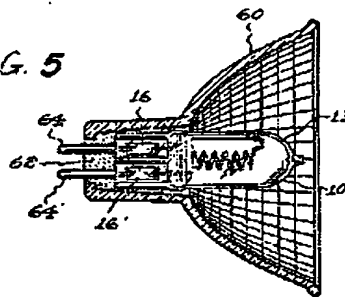


FIG. 5



特許法第17条の2の規定による補正の掲載

昭和 63 年特許願第 241174 号(特開平
1-163966 号, 平成 1 年 6 月 28 日
発行 公開特許公報 1-1640 号掲載)につ
いては特許法第17条の2の規定による補正があっ
たので下記のとおり掲載する。 1 (1)

Int. Cl. 1	識別 記号	庁内整理番号
H01J 61/36...		B-8943-5C
H01K 1/38		6722-5C
// C03C 27/04		2-8821-4G
C23C 30/00		C-6813-4K

特許請求の範囲

1. モリブデンとガラス質材料との間の封止部において、前記封止部を構成する前記モリブデンのうちで酸化環境に暴露される部分がアルカリ金属ケイ酸塩で被覆された結晶として少なくとも約250℃の高温下で酸化環境に暴露された場合に寿命の向上を示すことを特徴とする封止部。

2. 前記モリブデンのうちで酸化環境に暴露される部分が前記アルカリ金属ケイ酸塩の比較的均一な被覆を有する請求項1記載の封止部。

3. 前記ガラス質材料が石英または融熱ガラス組成物であり、前記高目が約600℃を越えず、前記アルカリ金属がカリウム、ナトリウムおよびそれらの混合物から成る群より選ばれて、気密封止部を構成する請求項2記載の封止部。

4. (a) ガラス質管球および(b) 前記管球の少なくとも一方の端部に気密封止されかつ前記端部に設けられた少なくとも1個の開口を通過して前記管球の内部に延びる少なくとも1個の金属製導入線構造体を含んでいて、前記導入線構造

平成 2.5.-7 発

手続補正書

平成 2.1.25 日

特許庁長官 殿

1. 事件の表示
昭和63年特許願第241174号
2. 発明の名称
モリブデンの耐酸化性を改善する方法およびランプ封止部におけるその利用
3. 補正をする者
事件との関係 特許出願人
名 称 ゼネラル・エレクトリック・カンパニイ
4. 代 理 人
住 所 〒107 東京都港区赤坂1丁目14番14号
第35興和ビル 4階
日本ゼネラル・エレクトリック株式会社・横浜特許部内
電話 (588) 5200-5207
氏 名 (7639) 生 崎 隆 二
5. 補正命令の日付
自 発
6. 補正の対象
明細書の特許請求の範囲の欄
7. 補正の内容
別紙の通り

物が(1)金属製の外部リード線、(2)前記管球に対する気密封止部を形成する中間の封止用モリブデン管、および(3)前記管球の内部にまで伸びる内部リード線から成り、かつ前記内部および外部リード線が前記モリブデン管に接続されているようなランプにおいて、前記モリブデン管のうちで前記外部リード線に隣接しかつ酸化環境に暴露される部分の表面がアルカリ金属ケイ酸塩で被覆されていることを特徴とするランプ。

5. 前記ガラス質管球が石英またはアルミノケイ酸塩ガラスからなり、前記内部および外部リード線が耐火金属から成り、前記外部リード線が前記管球に付着しない金属で被覆されていて、タングステンハロゲンランプまたはアーク放電ランプを構成する請求項4記載のランプ。

6. (a) ガラス質管球および(b) 前記管球の少なくとも一方の端部につまる封止されかつ前記管球の内部にまで伸びる少なくとも1個の金属製導入線構造体を含んでいて、前記導入

←49) ...

平成 2.5.7 新

線絶縁物が(1)終端の外部リード線、(2)前記管球に対する気密封止部を形成する中間の封止用モリブデン管、および(3)前記管球の内部にまで伸びる内部リード線から成り、かつ前記内部および外部リード線が前記モリブデン管の両端に接続されているようなランプにおいて、前記モリブデン管のうちで前記外部リード線に接続しかつ酸化環境に暴露される部分の表面がアルカリ金属ケイ酸塩で被覆されていることを特徴とするランプ。

7. 前記封止部が気密封止部であり、前記ガラス管球が石英または耐熱ガラス組成物から成り、前記ガラス管球が主として石英から成り、前記アルカリ金属がカリウム、ナトリウムおよびそれらの混合物から成る液より選ばれて、タングステンハロゲンランプまたはアーク放電ランプを構成する請求項5記載のランプ。

8. (A) 両方の反射部分および前記反射部分から後方に突き出た細長い中空部分を有するガラス質反射体部材と、(B) 光源が前記反射体部材

のほぼ焦点に位置するようにしてセメントにより前記中空部分内に恒久的に固定されたタングステンハロゲンランプとから成っていて、前記タングステンハロゲンランプが(a)ガラス質管球および(b)前記管球の少なくとも一方の端部に気密封止されかつ前記端部に設けられた開口を透って前記管球の内部にまで伸びる少なくとも1個の耐火金属型導入線絶縁物を含み、前記導入線絶縁物が(1)終端の外部リード線、(2)前記管球に対する気密封止部を形成する中間の封止用モリブデン管、および(3)前記管球の内部にまで伸びる内部リード線から成り、かつ前記内部および外部リード線が前記モリブデン管の両端に接続されているような反射体・ランプアセンブリにおいて、前記モリブデン管のうちで前記外部リード線に接続しかつ酸化環境に暴露される部分の表面がアルカリ金属ケイ酸塩で被覆されていることを特徴とする反射体・ランプアセンブリ。

9. 前記外部リード線が前記管球に付着しない材料で被覆されていて、前記外部リード線が少な

くとも約40ミルの直径を有する請求項5記載の反射体・ランプアセンブリ。

10. 表面がアルカリ金属ケイ酸塩で被覆された結果として約250～600℃の温度下で改善された耐酸化性を示すことを特徴とするモリブデン。

11. モリブデンの表面上にアルカリ金属ケイ酸塩の被膜を設置することを特徴とする、約250～600℃の温度下におけるモリブデンの耐酸化性を改善する方法。